НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РОЗЧИНИ ВОДНО-СПИРТОВІ

Методи визначання вмісту етилового спирту

ДСТУ 7457:2013

Видання офіційне

БЗ № 12–2013/672

Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2015

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Спиртогорілчані вироби, дріжджі» (ТК 64), Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів (УкрНДІспиртбіопрод)

РОЗРОБНИКИ: **С. Олійнічук,** д-р техн. наук; **Г. Кизюн,** канд. техн. наук; **О. Міщенко,** канд. техн. наук (науковий керівник); **Н. Кизюн**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України № 1470 від 11 грудня 2013 р.

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 3639–79)

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю чи частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2015

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РОЗЧИНИ ВОДНО-СПИРТОВІ

Методи визначання вмісту етилового спирту

РАСТВОРЫ ВОДНО-СПИРТОВЫЕ

Методы определения содержания этилового спирта

WATER-ALCOHOL SOLUTIONS

Methods for the determination of the ethyl alcohol content

Чинний від 2014–09–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на водно-спиртові розчини та встановлює ареометричний, пікнометричний та вібраційний методи визначання вмісту етилового спирту в цих розчинах.

1.2 Обов'язкові вимоги щодо підготовленості та безпеки персоналу викладено в розділі 10.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 3296–95 Виробництво етилового спирту з харчової сировини. Терміни та визначення

ДСТУ 4221–2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 5043:2008 Спирт етиловий та спиртовмісні рідини. Методи відбирання проб

ДСТУ 7230:2011 Метрологія. Секундоміри механічні. Методика повірки (калібрування)

ДСТУ 7238:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби колективного захисту працюючих. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ 7239:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ 7270:2012 Метрологія. Прилади зважувальні еталонні. Загальні технічні вимоги, порядок та методи атестації

ДСТУ 7274:2012 Хімічні реактиви. Реактиви, розчини для аналізу та матеріали допоміжні. Методи готування

ДСТУ ГОСТ 18481:2009 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия (Ареометри та циліндри скляні. Загальні технічні умови)

ДСТУ БА.3.2-12:2009 Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ГОСТ 12.1.003–83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности (ССБП. Шум. Загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования (ССБП. Вибухобезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.4.068–79 ССБТ. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования (ССБП. Засоби індивідуального захисту дерматологічні. Класифікація і загальні вимоги)

Видання офіційне

ГОСТ 12.4.103–83 ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация (ССБП. Одяг спеціальний захисний, засоби індивідуального захисту ніг і рук. Класифікація)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 2652–78 Калия бихромат технический. Технические условия (Калію біхромат технічний. Технічні умови)

ГОСТ 2874–82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством (Вода питна. Гігієнічні вимоги і контроль за якістю)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода дистильована. Технічні умови)

ГОСТ 10138–93 Ткани чистольняные, льняные и полульняные бельевые. Общие технические условия (Тканини чистолляні, лляні та напівлляні і білизняні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 10232–77 Ткани чистольняные и штучные изделия льняные и полульняные полотенечные. Общие технические условия (Тканини чистолляні та штучні вироби лляні та напівлляні рушникові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 22524–77 Пикнометры стеклянные. Технические условия (Пікнометри скляні. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд и устаткування лабораторне скляне. Типи, основні параметри і розміри)

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні умови. Методи випробувань)

ДБН В.2.5-28–2006 Природне і штучне освітлення

ДБН В.2.5-64:2012 Внутрішній водопровід та каналізація. Частина 1. Проектування. Частина 2. Будівництво

ДБН В.2.5-67:2013 Опалення, вентиляція та кондиціонування

НПАОП 15.9-1.11–97 (ДНАОП 1.8.10-1.11–97) Правила безпеки для спиртового та лікеро-горілчаного виробництва

ДСН 3.3.6.037–99 Державні санітарні норми виробничого шуму, ультразвуку та інфразвуку

ДСН 3.3.6.042–99 Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень

НАПБ А.01.001–2004 Правила пожежної безпеки в Україні.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті застосовано терміни та визначення понять згідно з ДСТУ 3296.

4 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Проби відбирають згідно з ДСТУ 5043 та обліковують згідно з чинними нормами [1].

5 АРЕОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на встановленні залежності густини водно-спиртового розчину від вмісту етилового спирту в розчині. Густину водно-спиртового розчину вимірюють ареометром для спирту.

Діапазон визначання об'ємної частки етилового спирту — від 0,5 % до 100 %.

5.2 Засоби та допоміжні пристрої

Ареометри для спирту — згідно з ГОСТ 18481:

— **АСП-1** або **АСП-2** з ціною поділки об'ємної частки етилового спирту 0,1 %;

— **АСП-3** або **АСП-Т** з ціною поділки об'ємної частки етилового спирту 1,0 %.

Термометри ртутні скляні лабораторні — згідно з ГОСТ 28498:
— з діапазоном вимірювання від мінус 30 °С до 20 °С та ціною поділки 0,1 °С;
— з діапазоном вимірювання від 0 °С до 55 °С та ціною поділки 0,1 °С;
— з діапазоном вимірювання від 0 °С до 55 °С та ціною поділки 0,1 °С;
— з діапазоном вимірювання від мінус 30 °С до 25 °С та ціною поділки 0,5 °С;
— з діапазоном вимірювання від 0 °С до 55 °С та ціною поділки 0,5 °С.

Циліндри скляні для ареометрів — згідно з ДСТУ ГОСТ 18481, зовнішнім діаметром (45 ± 1) мм, (39 ± 1) мм, (31 ± 1) мм, висотою (280 ± 5) мм, (350 ± 5) мм, (415 ± 5) мм, товщиною стінок (1,8 ± 0,6) мм.

Циліндри мірні лабораторні місткістю 500 $см^3$ — згідно з ГОСТ 1770.

Колби скляні лабораторні місткістю 500 $см^3$ — згідно з ГОСТ 25336.

Колби скляні мірні лабораторні місткістю 500 $см^3$ — згідно з ГОСТ 1770.

Колби скляні мірні лабораторні місткістю 300 $см^3$ – згідно з ГОСТ 1770.

Секундоміри — згідно з ДСТУ 7230.

Бутлі скляні місткістю 10 $дм^3$ з пришліфованими корками — згідно з чинними нормативними документами.

Скельця покривні діаметрами 50 мм, 60 мм, 140 мм — згідно з чинними нормативними документами.

Мішалки скляні — згідно з чинними нормативними документами.

Лійки скляні — згідно з ГОСТ 25336.

Лупа з 4^x-кратним збільшуванням — згідно з чинними нормативними документами.

Папір фільтрувальний лабораторний марки ФНС — згідно з ГОСТ 12026.

Рушники лляні — згідно з ГОСТ 10232 чи **тканина лляна** — згідно з ГОСТ 10138.

Розчини водно-етанольні — згідно з чинними нормативними документами.

Спирт етиловий ректифікований сорту «вище очищення» – згідно з ДСТУ 4221.

Суміш хромова, приготовлена — згідно з ДСТУ 7274 (60 г двохромовокислого калію — згідно з ГОСТ 2652, 1 $дм^3$ води здистильованої, 1 $дм^3$ кислоти сірчаної — згідно з ГОСТ 4204 густиною 1840 $кг/м^3$, х. ч.).

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Вода питна — згідно з ГОСТ 2874.

Дозволено використовувати засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання з метрологічними та технічними характеристиками, не нижчими, ніж зазначені, а також матеріали й реактиви якості, не гіршої зазначеної у цьому стандарті.

5.3 Готування до вимірювання

Ареометри і термометри ретельно обмивають етиловим ректифікованим спиртом. Циліндри та мішалки миють хромовою сумішшю, теплою питною водою, ополіскують дистильованою водою, а потім досліджуваним водно-спиртовим розчином. Не допустимо торкатися руками робочих поверхонь підготовлених до вимірювань засобів та пристроїв. Зберігають висушені на повітрі засоби та пристрої в циліндрі, накритому покривним скельцем.

Для точних вимірювань вмісту етилового спирту у водно-спиртових розчинах з похибкою вимірювання не більше ніж ± 0,06 % використовують ареометри для спирту АСП-1 або АСП-2 з ціною поділки 0,1 % і термометри з ціною поділки 0,1 °С.

Для технологічних вимірювань вмісту етилового спирту у водно-спиртових розчинах з похибкою вимірювання не більше ніж ± 0,5 % використовують ареометри для спирту АСП-3 або АСП-Т з ціною поділки 1,0 % і термометри з ціною поділки 0,5 °С.

У разі точних вимірювань водно-спиртових розчинів з невідомим вмістом етилового спирту попередньо проводять вимірювання ареометром типу АСП-Т для визначення необхідного типу ареометра.

Досліджувану пробу водно-спиртового розчину перемішують. Наливають пробу водно-спиртового розчину об'ємом 500 $см^3$ у циліндр місткістю 500 $см^3$, обережно, по його внутрішній поверхні, запобігаючи утворенню пухирців повітря в розчині.

Якщо на поверхні циліндра утворилась піна, її знімають мішалкою.

Перед вимірюванням водно-спиртовий розчин обережно перемішують мішалкою переміщенням її не менше ніж п'ять разів вздовж стовпа розчину, не виймаючи мішалки з розчину.

Вимірювання виконують за умови, що немає пухирців повітря у водно-спиртовому розчині.

5.4 Проведення вимірювання

Занурюють у водно-спиртовий розчин термометр, тримаючи за неробочий, вільний від шкали кінець, вимірюють температуру зразка проби.

У разі визначання показника з похибкою вимірювання об'ємної частки етилового спирту не більше ніж ± 0,5 % вимірювання можна виконувати за температури розчину в діапазоні температур від мінус 25 °С до 40 °С.

У разі визначання з похибкою вимірювання об'ємної частки етилового спирту не більше ніж ± 0,06 % вимірювання виконують за кімнатної температури.

Ареометр беруть за неробочий, вільний від шкали кінець, опускають у водно-спиртовий розчин, занурюючи його доти, доки до очікуваного показу шкали не залишиться 3 (4) мм, потім дають можливість ареометру вільно коливатися вздовж своєї осі.

Відлік показу ареометра здійснюють через 3 хв, користуючись лупою.

Якщо ареометр занурився у розчин більше ніж на 5 мм відносно очікуваного показу шкали, то його виймають, витирають рушником (тканиною) та повторюють вимірювання.

Якщо ареометр не коливається вздовж своєї осі, то його піднімають на 3 (4) мм й знову відпускають. Ареометр має плавати в розчині, не торкаючись поверхні циліндра.

Відлічувати показ ареометра треба за нижнім рівнем меніска з точністю до 0,5 найменшої поділки.

Ареометр обережно виймають за неробочий, вільний від шкали кінець.

Знову занурюють у водно-спиртовий розчин термометр, тримаючи за неробочий, вільний від шкали кінець, повторно виміряють температуру зразка проби.

За температуру водно-спиртового розчину беруть середньоарифметичне значення двох вимірювань.

Ареометр і термометр обережно, не торкаючись робочих поверхонь руками, витирають досуха рушником (тканиною) і проводять повторне визначання показу ареометра та показів термометра.

Під час готування засобів до повторного вимірювання циліндр з водно-спиртовим розчином накривають покривним скельцем.

5.5 Опрацювання результатів

Об'ємну частку етилового спирту у водно-спиртовому розчині визначають згідно з таблицями [2] для визначання вмісту спирту за показом ареометра.

Якщо показ ареометра збігається з табличною величиною, об'ємною часткою етилового спирту, записують цю величину.

Якщо показ ареометра є проміжним табличним величинам, об'ємну частку етилового спирту обчислюють лінійною інтерполяцією (додаток А, приклади А.1, А.2, А.3).

За об'ємну частку етилового спирту у водно-спиртовому розчині беруть середнє арифметичне двох паралельних визначань.

5.6 Контролювання результатів

Контроль якості визначання виконують згідно з розділом 9, нормативи контролю якості результатів наведено в таблицях 1, 2.

Таблиця 1 — Збіжність та відтворність визначань об'ємної частки етилового спирту залежно від типу ареометра

Тип ареометра	Діапазон вимірювання об'ємної частки етилового спирту, %	Збіжність між результатами двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n = 2$	Відтворність між результатами двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n_1 = 2$
АСП-1 та АСП-2	Від 10 до 100	0,06	0,12
АСП-1	» 0 » 10; » 100 » 105	0,2	0,4
АСП-3 та АСП-Т	» 0 » 100	0,5	1,0

Таблиця 2 — Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту для різних типів ареометрів

Тип ареометра	Діапазон вимірювання об'ємної частки етилового спирту, %	Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту, % $P = 0,95$
АСП-1 та АСП-2	Від 10 до 100	± 0,06
АСП-1	» 0 » 10; » 100 » 105	± 0,2
АСП-3 та АСП-Т	» 0 » 100	± 0,5

6 ПІКНОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на встановленні залежності густини водно-спиртового розчину від вмісту етилового спирту в розчині. Густину водно-спиртового розчину визначають, користуючись пікнометром.

Діапазон визначання об'ємної частки етилового спирту — від 0,5 % до 100 %.

6.2 Засоби та допоміжні пристрої

Пікнометри — згідно з ГОСТ 22524.

Термометри ртутні скляні лабораторні — згідно з ГОСТ 28498.

Ваги лабораторні 2-го класу з найбільшою границею зважування 200 г — згідно з ДСТУ 7270.

Склянки — згідно з ГОСТ 25336.

Термостати, здатні підтримувати температуру з відхилом не більше ніж 0,25 °С від заданої температури, типу ТС-24, ТС-32 та інші — згідно з чинними нормативними документами.

Шафа сушильна з автоматичним регулюванням температури — згідно з чинними нормативними документами.

Секундомір — згідно з ДСТУ 7230.

Папір фільтрувальний лабораторний марки ФНС — згідно з ГОСТ 12026.

Рушники лляні — згідно з ГОСТ 10232 чи **тканина лляна** — згідно з ГОСТ 10138.

Ексикатор — згідно з ГОСТ 25336.

Розчини водно-етанольні — згідно з чинними нормативними документами.

Спирт етиловий ректифікований сорту «вище очищення» — згідно з ДСТУ 4221.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Бідистилят — згідно з ДСТУ 7274.

Вода питна — згідно з ГОСТ 2874.

Суміш хромова, приготовлена — згідно з ДСТУ 7274 (60 г двохромовокислого калію — згідно з ГОСТ 2652, 1 $дм^3$ води здистильованої, 1 $дм^3$ кислоти сірчаної — згідно з ГОСТ 4204 густиною 1840 $кг/м^3$, х. ч.).

Дозволено використовувати засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання з метрологічними та технічними характеристиками, не нижчими, ніж зазначені, а також матеріали й реактиви якості, не гіршої зазначеної у цьому стандарті.

6.3 Готування до вимірювання

Пікнометри (не менше ніж два) та необхідний скляний посуд миють хромовою сумішшю, теплою питною водою, ополіскують здистильованою водою, висушують у сушильній шафі за температури від 100 °С до 105 °С не менше ніж годину.

Пікнометри з їх пробками охолоджують в ексикаторі до кімнатної температури, зважують. Повторно висушують у сушильній шафі за температури від 100 °С до 105 °С не менше ніж 30 хв, охолоджують в ексикаторі до кімнатної температури та зважують.

За масу гир, що врівноважують порожній пікнометр у повітрі, беруть середнє арифметичне двох зважувань.

Збіжність результатів двох паралельних зважувань не повинна перевищувати 0,3 мг, в іншому разі визначання повторюють.

Пікнометри заповнюють бідистилятом до позначки на його шийці, закривають пробкою, опускають у склянку з дистильованою водою так, щоб вода покривала заповнену частину пікнометра, та опускають склянку в термостат з температурою 20,0 °С ± 0,5 °С не менше ніж на 30 хв. Температуру води контролюють термометром, опущеним у склянку, у якій міститься пікнометр.

За температури 20 °С ± 0,5 °С, користуючись фільтрувальним папером, нижній меніск рівня води у шийці пікнометра суміщають з позначкою та витирають внутрішню поверхню шийки пікнометра (не заповнену водою). Знову закривають пікнометр пробкою й витримують у термостаті ще 15 хв, перевіряють суміщення меніска та позначки. У разі необхідності операцію суміщення меніска та позначки повторюють.

Пікнометр виймають із термостата, витирають його зовнішню поверхню рушником насухо (стежать, щоб не залишалось волокон з рушника на поверхні), витримують за склом лабораторних ваг не менше ніж 30 хв, зважують.

За масу гир, що врівноважують пікнометр з бідистилятом у повітрі, беруть середнє арифметичне п'яти зважувань.

Збіжність результатів двох паралельних зважувань не повинна перевищувати 0,3 мг. Якщо вказаної вимоги не дотримано, то визначання повторюють.

Різницю маси пікнометра з бідистилятом та маси порожнього пікнометра, так зване «водне число пікнометра», перевіряють один раз у півроку.

6.4 Проведення вимірювання

Пікнометри ополіскують етиловим ректифікованим спиртом, водно-спиртовим розчином, який досліджують, і цим самим розчином заповнюють пікнометр до позначки. Проводять такі самі операції, що й з пікнометрами, заповненими бідистилятом.

За масу гир, що врівноважують пікнометр з водно-спиртовим розчином у повітрі, беруть середнє арифметичне двох зважувань.

Збіжність результатів двох паралельних зважувань не повинна перевищувати 0,3 мг, у разі перевищування — визначання знову повторюють.

Після закінчення зважувань пікнометри опорожнюють, ополіскують етиловим ректифікованим спиртом, висушують, охолоджують і зберігають разом з пробками в ексикаторі за кімнатної температури.

6.5 Опрацювання результатів

Густину водно-спиртового розчину $\rho^{(20)}$ за температури 20 °С, у грамах на сантиметр кубічний, обчислюють за формулою:

$$\rho^{(20)} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot \left(\rho_{H_2O}{}^{(20)} - \rho\right) + \rho, \qquad (1)$$

де m_1 — маса порожнього пікнометра, г;

m_2 — маса пікнометра з бідистилятом, г;

m_3 — маса пікнометра з водно-спиртовим розчином, г;

$\rho_{H_2O}{}^{(20)}$ — густина води, г/см^3;

ρ — густина повітря, г/см^3.

Об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С у водно-спиртовому розчині визначають згідно з таблицями [2] за густиною, обчисленою за формулою (1).

Якщо величина обчисленої густини збігається з табличною величиною, записують відповідне значення об'ємної частки етилового спирту за температури 20 °С.

Якщо величина обчисленої густини є проміжною табличним величинам, об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С обчислюють лінійною інтерполяцією (додаток А, приклад А.4).

6.6 Контролювання результатів

Контроль якості визначання виконують згідно з розділом 9, нормативи контролю якості результатів наведено в таблицях 3, 4.

Таблиця 3 — Збіжність та відтворність визначань об'ємної частки етилового спирту пікнометричним методом

Об'ємна частка етилового спирту у водно-спиртовому розчині, %	Збіжність між результатами двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n = 2$	Відтворність між результатами двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n_1 = 2$
Від 0,5 до 30	0,10	0,25
» 30 » 50	0,08	0,20
» 50 » 70	0,06	0,15
» 70 » 99,8	0,03	0,06

Таблиця 4 — Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту пікнометричним методом

Об'ємна частка етилового спирту у водно-спиртовому розчині, %	Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту, %, $P = 0,95$
Від 0,5 до 30	± 0,10
» 30 » 50	± 0,08
» 50 » 70	± 0,06
» 70 » 99,8	± 0,03

7 ВІБРАЦІЙНИЙ ЕКСПРЕС-МЕТОД

7.1 Суть методу

Метод ґрунтується на встановленні залежності густини водно-спиртового розчину від вмісту етилового спирту в розчині. Густину вимірюють вібраційним густиноміром, призначеним для експрес-методу (вимірює частоту вібрації U-подібної осциляційної трубки, заповненої випробовуваною рідиною).

Діапазон визначання об'ємної частки етилового спирту — від 0,5 % до 100 %.

7.2 Засоби та допоміжні пристрої

Густиномір вібраційний: діапазон вимірювання густини від 0,6 г/см^3 до 2,0 г/см^3 за температури від 0 °С до 40,0 °С, дискретність показів густини 0,0001 г/см^3, температури 0,1 °С — згідно з чинними нормативними документами.

Склянки — згідно з ГОСТ 25336.

Спирт етиловий ректифікований сорту «вище очищення» — згідно з ДСТУ 4221.

Розчини водно-етанольні — згідно з чинними нормативними документами.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Бідистилят — згідно з ДСТУ 7274.

Дозволено використовувати засоби вимірювальної техніки (оптичні спиртоміри, прилади з використанням принципу гідростатичних ваг тощо), випробувальне та допоміжне обладнання з метрологічними та технічними характеристиками, не нижчими, ніж зазначені, а також матеріали й реактиви за якості, не гіршої зазначеної у цьому стандарті.

7.3 Готування до вимірювання та проведення вимірювання виконують згідно з інструкцією до електронного автоматичного приладу.

7.4 Опрацювання результатів

За виміряною густиною виконують автоматичний перерахунок в об'ємну частку етилового спирту у водно-спиртовому розчині згідно з версією програмного забезпечення приладу.

7.5 Контролювання результатів

Контроль якості визначання виконують згідно з розділом 9, нормативи контролю якості результатів наведено в таблиці 5.

Таблиця 5 — Збіжність, відтворність та границя похибки визначань об'ємної частки етилового спирту для експрес-методу

Збіжність результатів двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n = 2$	Відтворність результатів двох паралельних визначань об'ємної частки етилового спирту, %, $n_1 = 2$	Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту, %, $P = 0,95$
0,5	1,0	± 0,5

8 ОФОРМЛЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Результати визначання фіксують у журналі контролю, де зазначають інформацію, достатню для ідентифікації випробовуваної проби та використаних реактивів, відомості про операційні деталі, що впливають на результати визначання, результати випробовування, результати визначання та результат збіжності.

Результат визначання об'ємної частки етилового спирту у водно-спиртовому розчині за температури 20 °С (φ), у відсотках, подають у вигляді формули:

$$\varphi = \varphi_{сер.} \pm \Delta\varphi,\ P = 0,95, \qquad (2)$$

де $\varphi_{сер.}$ — середнє арифметичне значення двох паралельних визначань, % об.;
$\Delta\varphi$ — абсолютна похибка вимірювання;
P — вірогідність, з якою похибка міститься в межах від мінус $\Delta\varphi$ до $\Delta\varphi$.

Обчислення проводять з точністю до другого десяткового знака.

Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання $\Delta\varphi$ наведено в таблицях 2, 4, 5.

9 КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ ВИЗНАЧАНЬ

9.1 Збіжність

Визначання дійсне у разі, якщо збіжність результатів двох паралельних визначань згідно з цим стандартом за умови використання того самого методу та тих самих засобів і пристроїв, у тій самій пробі, тим самим аналітиком, за один проміжок часу не перевищує нормативного значення (наведеного в таблицях 1, 3, 5).

9.2 Відтворність

Періодично, але не рідше ніж один раз на три місяці, перевіряють відтворність результатів двох паралельних визначань згідно з цим стандартом за умови використання того самого методу та ідентичних засобів і пристроїв, у тій самій пробі, різними аналітиками, у різний час. Відтворність результатів не повинна перевищувати нормативного значення (наведеного в таблицях 1, 3, 5).

9.3 Похибка вимірювань

9.3.1 Внутрішній контроль границі похибки вимірювання проводять в лабораторії періодично, але не рідше ніж один раз на три місяці. Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту двох паралельних визначань не повинні перевищувати нормативного значення (наведеного в таблицях 2, 4, 5).

9.3.2 Зовнішній контроль границі похибки вимірювання проводять у межах міжлабораторних випробовувань або програм професійного тестування періодично, але не рідше ніж один раз на рік. Довірчі границі абсолютної похибки вимірювання об'ємної частки етилового спирту двох паралельних визначань не повинні перевищувати нормативного значення (наведеного в таблицях 2, 4, 5).

У разі перевищення нормативу контролю якості визначання: збіжності, відтворності чи границі похибки — проводять третє визначання, у разі повторного перевищення нормативу визначають причини, що призвели до отримання незадовільних результатів контролю, й усувають їх згідно з внутрішньолабораторними документами з системи якості.

10 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

10.1 До роботи допускають спеціалістів відповідної кваліфікації — кваліфікованого робітника чи молодшого спеціаліста, що пройшли інструктаж з техніки безпеки згідно з НПАОП 15.9-1.11, пройшли відповідний тренінг, ознайомлені з інструкціями техніки безпеки, правилами роботи з зазначеними вище засобами й приладами та правилами поводження з токсичними та легкозаймистими речовинами.

10.2 Під час відбирання проб, готування до випробовувань та виконання випробовувань треба дотримуватися правил згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.005 та ГОСТ 12.1.010, НАПБ А.01.001.

10.3 У небезпечних ситуаціях потрібно застосовувати індивідуальні засоби захисту згідно з вимогами ДСТУ 7239, ДСТУ 7238.

10.4 Приміщення, де проводять випробовування, має бути обладнано витяжною вентиляцією згідно з ДСТУ БА.3.2-12 і ДБН В.2.5-67, забезпечено питною водою згідно з ГОСТ 2874 та обладнано каналізацією згідно з ДНБ В.2.5-64.

10.5 Мікроклімат у приміщеннях має підтримуватися згідно з ДСН 3.3.6.042, освітлення має бути виконано згідно з ДБН В.2.5–28, еквівалентний рівень шуму на робочих місцях не повинен перевищувати рівнів, установлених згідно з ГОСТ 12.1.003 і ДСН 3.3.6.037.

10.6 Працівники мають бути забезпечені спецодягом, спецвзуттям і засобами захисту згідно з ГОСТ 12.4.103, рекомендовано застосовувати захисні мазі й пасти марки «О» згідно з ГОСТ 12.4.068.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ПРИКЛАДИ ОБЧИСЛЕНЬ

Приклад А.1

Обчислити об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С — X, у відсотках, водно-спиртовому розчині, якщо показ термометра, опущеного в цей розчин, — плюс 25,34 °С, ареометра — 44,0 %. Згідно з таблицею 1.3 [2] складають допоміжну таблицю А.1 та пропорцію, з якої знаходять потрібну величину.

Таблиця А.1 — Допоміжна таблиця для визначання об'ємної частки етилового спирту за температури 20 °С у разі збігу показу ареометра з табличною величиною та розбіжності показу термометра з табличними величинами

Температура, °С	Показ ареометра, %	Об'ємна частка етилового спирту за температури 20 °С, %
25,30	—	41,92
25,34	44	X
25,40	—	41,88

$$\frac{41,92 - X}{41,92 - 41,88} = \frac{25,3 - 25,34}{25,3 - 25,4}, \text{ звідки } X = 41,90\ \%.$$

Приклад А.2

Обчислити об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С — X, у відсотках, у водно-спиртовому розчині, якщо показ термометра, опущеного в цей розчин, — плюс 18 °С, ареометра — 94,42 %. Згідно з таблицею 1.2 [2] складають допоміжну таблицю А.2 та пропорцію, з якої знаходять потрібну величину.

Таблиця А.2 — Допоміжна таблиця для визначання об'ємної частки етилового спирту за температури 20 °С у разі збігу показу термометра з табличною величиною та розбіжності показу ареометра з табличними величинами

Температура, °С	Показ ареометра, %	Об'ємна частка етилового спирту за температури 20 °С, %
18	94,40	94,832
18	94,42	X
18	94,50	94,734

$$\frac{94,832-X}{94,832-94,734}=\frac{94,4-94,42}{94,4-94,5}, \text{ звідки } X = 94,81\ \%.$$

Приклад А.3

Обчислити об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С — X, у відсотках, у водно-спиртовому розчині, якщо показ термометра, опущеного у цей розчин, — плюс 17,64 °С, ареометра — 93,78 %. Згідно з таблицею 1.2 [2] складають допоміжну таблицю А.3 та пропорції, з яких знаходять потрібну величину.

Таблиця А.3 — Допоміжна таблиця для визначання об'ємної частки етилового спирту за температури 20 °С у разі розбіжності показів термометра та ареометра з табличними величинами

Температура, °С	Показ ареометра, %		
	93,70	93,78	93,80
	Об'ємна частка етилового спирту за температури 20 °С, %		
17,60	94,234	—	94,332
17,64	$X_А$	X	$X_Б$
17,70	94,212	—	94,310

$$\frac{X_А-X}{X_А-X_Б}=\frac{93,7-93,78}{93,7-93,8},$$

$$\frac{94,212-X_А}{94,212-94,234}=\frac{17,7-17,64}{17,7-17,6}, \text{ звідки } X_А = 94,225\ \%;$$

$$\frac{94,31-X_Б}{94,31-94,332}=\frac{17,7-17,64}{17,7-17,6}, \text{ звідки } X_Б = 94,323\ \%;$$

$$\frac{94,225-X}{94,225-94,323}=\frac{93,7-93,78}{93,7-93,8}, \text{ звідки } X = 94,30\ \%.$$

Приклад А.4

Обчислити об'ємну частку етилового спирту за температури 20 °С — X, у відсотках, у водно-спиртовому розчині, якщо його густина за температури 20 °С, визначена відповідно до 6.5, дорівнює 0,86047 г/см^3. Згідно з таблицею 3.1 [2] складають допоміжну таблицю А.4 та пропорцію, з якої знаходять потрібну величину.

Таблиця А.4 — Допоміжна таблиця для визначання об'ємної частки етилового спирту за температури 20 °С у разі, якщо величина густини є проміжною табличним величинам

Густина за температури 20 °С, г/см^3	Об'ємна частка етилового спирту за температури 20 °С, %
0,85932	80
0,86047	X
0,86207	79

$$\frac{0,86207-0,85932}{79-80}=\frac{0,86207-0,86047}{79-X},$$ звідки X = 79,58 %.

ДОДАТОК Б
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 Норми витрат спирту етилового ректифікованого, спирту етилового — сирцю, фракції головної етилового спирту, сивушного масла, горілок і горілок особливих та лікеро-горілчаних напоїв на лабораторні аналізи на підприємствах галузі. Затверджені ДПА України 01.03.2005 за № 25.

2 Таблицы спиртометрические. Справочное пособие. — Киев: УкрНИИспиртбиопрод, 2002 (Таблиці спиртометричні. Довідковий посібник. — Київ: УкрНДІспиртбіопрод, 2002).

Код УКНД 67.160.10

Ключові слова: етиловий спирт, водно-спиртові розчини, пікнометр, ареометр, вібраційний метод визначання густини.

Редактор **Н. Кунцевська**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **І. Недогарко**
Верстальник **Г. Жирякова**

Підписано до друку 21.01.2015. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647